

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-178635

(43)Date of publication of application : 26.06.2002

---

(51)Int.Cl.

B41M 5/165  
C10G 25/03  
C10G 45/02  
C10G 45/44  
C10G 65/08  
C10G 67/06

---

(21)Application number : 2000-381131

(71)Applicant : NIPPON PETROCHEM CO LTD

(22)Date of filing : 15.12.2000

(72)Inventor : INOUE SATORU  
TOGAMI TAKAO  
SHOKO TOSHIKATSU

---

## (54) PRESSURE SENSITIVE COPYING MATERIAL

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a low cost pressure sensitive copying material excellent in the solubility and color forming performance of a color former by a method wherein a lower aromatic hydrocarbon solvent is employed.

**SOLUTION:** The lower aromatic hydrocarbon solvent as a pressure sensitive copying material solvent is obtained through a process (1) for obtaining a low sulfur kerosene fraction having a sulfur content of 5 ppm or less through the desulfurization of a kerosene fraction having its boiling point lying in the range of 150 to 300° C at 100 to 400° C under the pressure of 1 to 20 MPa in the presence of a catalyst and then the removal of a gas-containing more volatile component, a process (2) for obtaining residual oil through the separation and recovery of normal paraffin from the low sulfur kerosene fraction obtained in the process (1) with a molecular sieve made of a synthetic zeolite and a process (3) for obtaining the lower aromatic hydrocarbon solvent having the total content of a monocycloalkane and a dicycloalkane of 40 mass % or more and the content of an aromatic hydrocarbon of 1 mass % or less through the nuclear hydrogenation of the residual oil obtained in the process (2) at 50 to 400° C under the pressure of 1 to 20 MPa in the presence of a catalyst.

---

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's

decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-178635

(P 2 0 0 2 - 1 7 8 6 3 5 A)

(43) 公開日 平成14年6月26日(2002. 6. 26)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テ-ロ-ト* (参考)
B 4 1 M 5/165		C 1 0 G 25/03	2H085
C 1 0 G 25/03		45/02	4H029
45/02		45/44	
45/44		65/08	
65/08		67/06	

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 7 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2000-381131 (P2000-381131)

(22) 出願日 平成12年12月15日 (2000. 12. 15)

(71) 出願人 000231682

日本石油化学株式会社  
東京都千代田区内幸町1丁目3番1号

(72) 発明者 井上 悟

神奈川県茅ヶ崎市甘沼243-5

(72) 発明者 戸上 恭男

千葉県木更津市八幡台2-19-4

(72) 発明者 庄古 利克

神奈川県横浜市港南区大久保3-35-3

(74) 代理人 100083035

弁理士 前島 肇

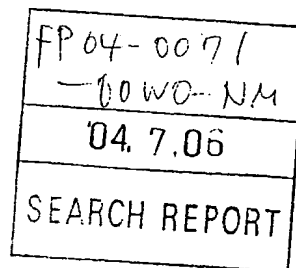
Fターム (参考) 2H085 AA07 BB01 DD36 HH03  
4H029 DA01 DA06 DA09 DA10

(54) 【発明の名称】 感圧複写材料

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 低芳香族炭化水素溶剤を用い、発色剤の溶解性および発色性能に優れ、かつ安価な感圧複写材料を提供する。

【解決手段】 感圧複写材料溶剤として、沸点が150～300℃の範囲にある灯油留分を触媒の存在下に、温度100～400℃、圧力1～20MPaの条件で脱硫した後、ガスを含む軽質分を除去して、硫黄含有量が5ppm以下の低硫黄灯油留分を得る工程(1)、合成ゼオライトからなる分子ふるいにより、前記工程(1)で得られる低硫黄灯油留分から直鎖パラフィンを分離・回収し、残油を得る工程(2)、前記工程(2)で得られる残油を触媒の存在下に、温度50～400℃、圧力1～20MPaの条件で核水素化することにより、モノシクロアルカンとジシクロアルカンの合計の含有量が40質量%以上でかつ、芳香族炭化水素の含有量が1質量%以下である低芳香族炭化水素溶剤を得る工程(3)により得られる低芳香族炭化水素溶剤を用いること。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記工程(1)～(3)で得られる低芳香族炭化水素溶剤を用いたことを特徴とする感圧複写材料、

工程(1)：沸点が150～300℃の範囲にある灯油留分を触媒の存在下に、温度100～400℃、圧力1～20MPaの条件で脱硫した後、ガスを含む軽質分を除去して、硫黄含有量が5ppm以下の低硫黄灯油留分を得る工程、

工程(2)：合成ゼオライトからなる分子ふるいにより、前記工程(1)で得られる低硫黄灯油留分から直鎖パラフィンを分離・回収し、残油を得る工程、

工程(3)：前記工程(2)で得られる残油を触媒の存在下に、温度50～400℃、圧力1～20MPaの条件で核水素化することにより、モノシクロアルカンとジシクロアルカンの合計の含有量が40質量%以上でかつ、芳香族炭化水素の含有量が1質量%以下である低芳香族炭化水素溶剤を得る工程。

【請求項2】 電子受容性顔色剤、および該顔色剤と接触して発色する電子供与性発色剤を溶剤に溶解してなる発色剤溶液を用いた感圧複写材料において、該溶剤が非縮合型または縮合型の芳香族環を2個以上有する芳香族炭化水素および請求項1記載の低芳香族炭化水素溶剤を含むことを特徴とする感圧複写材料。

【請求項3】 前記発色剤溶液を内包したマイクロカプセルおよび該マイクロカプセルを保持するシート状支持体からなる請求項2に記載の感圧複写材料。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、直鎖パラフィンが除去され芳香族炭化水素の含有量が1質量%以下である低芳香族炭化水素溶剤を電子供与性発色剤の溶剤として用いた感圧複写材料に関する。

## 【0002】

【従来の技術】従来から、無色の電子供与性発色剤（以下「発色剤」と呼称。）を溶液状態でマイクロカプセル皮膜内に内蔵させて紙の一面に塗布し、他の紙の一面に前記発色剤と反応して発色させる性質を有する酸性の無機材料、カルボン酸のような電子受容性物質（以下「顔色剤」と呼称。）を塗布し、使用に際しこれらの各塗布面を対向させて重ね合わせ、加圧することにより複写記録をとる形式の記録材料、すなわち感圧複写材料は公知である。この種の記録材料の複写記録機構は、筆圧、タイプ圧等の圧力によりマイクロカプセル皮膜を破壊し、発色剤溶液を放出し、発色剤が対向し配置された紙の表面に塗布された顔色剤と接触して発色するものである。また、この種の発色機能を有するマイクロカプセルや顔色剤などの各塗布材料を、1枚の紙の片面に塗布した記録材料も知られている。これらの記録材料に使用される発色剤溶液は、電子供与性発色材料を1種または2種以

上の疎水性溶剤に溶解した溶液である。ここで使用される疎水性溶剤は以下の要件を具備することが必要である。すなわち、

① 毒性がないこと

② 不快臭がないこと

③ 無色であるかもしくはごく薄い色であること

④ 発色剤の溶解性がよく溶液の安定性があること

⑤ マイクロカプセル化が容易であること

⑥ マイクロカプセルの貯蔵安定性がよいこと

⑦ 発色反応を妨げず発色速度が早いこと

⑧ 発色像ににじみがなく、かつ長期保存後でも鮮明な発色像が得られること

⑨ 安価であること

などである。

【0003】従来この種の記録材料の溶剤として、フェニルキシリルエタン、フェニルエチルフェニルエタンのようなジアリールアルカン、アルキルナフタレン、アルキルビフェニル、部分水素添加ターフェニルなどの芳香族環を複数個有する芳香族炭化水素油、または塩素化パラフィンなどが使用されている。しかし、これらの溶剤は高価であり、これらの溶剤を用いた感圧複写材料の発色性能は必ずしも満足できるものではない。また、直鎖パラフィンや脂環族炭化水素を感圧複写材料の溶剤として用いる方法が特開平2-47083号公報、特開平2-47084号公報などで提案されている。これらの方法によれば、低温発色速度などの性能は向上するものの発色剤の溶解性が悪く、マイクロカプセル製造における操作性が悪くなる等の問題がある。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明は従来の感圧複写材料の有するこれらの問題点を解決し、発色剤の溶解性および発色性能に優れ、かつ安価な感圧複写材料を提供するものである。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】本発明の第1は、下記工程(1)～(3)で得られる低芳香族炭化水素溶剤を用いたことを特徴とする感圧複写材料に関するものである。

工程(1)：沸点が150～300℃の範囲にある灯油留分を触媒の存在下に、温度100～400℃、圧力1～20MPaの条件で脱硫後、ガスを含む軽質分を除去して、硫黄含有量が5ppm以下の低硫黄灯油留分を得る工程、

工程(2)：合成ゼオライトからなる分子ふるいにより、前記工程(1)で得られる低硫黄灯油留分から直鎖パラフィンを分離・回収し、残油を得る工程、

工程(3)：前記工程(2)で得られる残油を触媒の存在下に、温度50～400℃、圧力1～20MPaの条件で核水素化することにより、モノシクロアルカンとジシクロアルカンの合計の含有量が40質量%以上でかつ

つ、芳香族炭化水素の含有量が1質量%以下である低芳香族炭化水素溶剤を得る工程。

本発明の第2は、電子受容性顔色剤、および該顔色剤と接触して発色する電子供与性発色剤を溶剤に溶解してなる発色剤溶液を用いた感圧複写材料において、該溶剤が非縮合型または縮合型の芳香族環を2個以上有する芳香族炭化水素および前記の低芳香族炭化水素溶剤を含むことを特徴とする感圧複写材料に関するものである。本発明の第3は、前記発色剤溶液を内包したマイクロカプセルおよび該マイクロカプセルを保持するシート状支持体からなる前記本発明の第2に記載の感圧複写材料に関するものである。

#### 【0006】

【発明の実施の形態】以下、本発明を更に詳しく説明する。本発明で用いる低芳香族炭化水素溶剤は、沸点150～300℃の範囲にある灯油留分を原料に用いて以下のように製造される。まず、灯油留分中に通常200～1000ppm程度含まれる硫黄分を脱硫用触媒を用いて除去する。これら硫黄化合物が残留していると後続の工程において悪影響を及ぼす。これらはノルマルパラフィンの除去工程においては吸着剤として使用する合成ゼオライトを被毒させ、また芳香族の核水素化工程においては使用する水素化触媒を被毒させて触媒寿命を短くする原因となる。また、これら硫黄化合物は機器や配管の腐食の原因となり好ましくない。本発明においては硫黄含有量を5ppm以下にする必要があり、好ましくは1ppm以下である。

【0007】脱硫用触媒としては、原料中の硫黄含有量が5ppm以下、好ましくは1ppm以下になるまで脱硫する能力を有するものであればいずれのものでも使用できる。例えば、従来知られているような、周期律表第VI族または第VIII族に属する金属元素及びその酸化物や硫化物などの中から選ばれた少なくとも1種の成分を無機酸化物担体に担持させたものを用いることができる。この無機酸化物担体としては、アルミナ、シリカ、シリカーアルミナ、結晶性アルミノシリケート、ゼオライト、珪藻土、活性炭等を用いることができる。第VI族金属としては、モリブデン、タングステン等を用いることができる。第VIII族金属としては、ニッケル、コバルト等を用いることができる。第VI族と第VIII族の金属は混合して用いることもできる。

【0008】脱硫条件としては、温度は100～400℃、圧力は1～20MPa、LHSVは0.1～10hr<sup>-1</sup>の範囲から選択することができる。これらの条件の範囲外では十分に脱硫されないのが好ましくない。また、脱硫後生成したガスおよび軽質分は、蒸留等の操作により分離・除去する。以上のようにして、硫黄含有量が5ppm以下の低硫黄灯油留分を得ることができる。

【0009】次に、低硫黄灯油留分中に含まれるノルマルパラフィン類の少なくとも一部を合成ゼオライトから

成る分子ふるいを用いて分離、回収する。ノルマルパラフィン類は発色剤の溶解性が小さいため、できるだけ除去しておく必要がある。好ましくは20質量%以下、さらに好ましくは10質量%以下になるように除去する。分子ふるいを用いて炭化水素混合物からノルマルパラフィン類を分離する方法は、ノルマルパラフィン類の製造方法として従来から工業的に広く実施されている。例えば、5Åに調節された多数の細孔を有する合成ゼオライトから成る分子ふるいを固定床として、ノルマルパラフィンの吸・脱着を液相で交互に行い、ノルマルパラフィンを吸着した合成ゼオライトを脱着用の低分子量パラフィンで洗浄し、ノルマルパラフィン類を脱着させ、混入した低分子量パラフィンは蒸留により分離し、再循環させるモレックス法がある。また、同じく5Åの細孔を有する合成ゼオライトに、吸・脱着を利用して気相でノルマルパラフィン類を吸着させ、その脱着は低分子量パラフィンで洗い流すTSF法（テキサコ・セレクトティブ・フィニッシング法）、同じく5Åの細孔を有する合成ゼオライトを用いて、加圧、減圧を交互に繰り返すことによりノルマルパラフィン類の吸・脱着が行われるアイソシーブ法がある。さらに蒸気相・液床法を組み合わせた方法で、5Åの細孔を有する合成ゼオライトへのノルマルパラフィン類の吸着は吸着装置中で液体状態において連続的に行い、その脱着は再生装置中で吸着より高い温度で操作し、再生された合成ゼオライトは再生装置から吸着装置へ戻して再度循環させるエッソ法等がある。本発明におけるノルマルパラフィン類の分離・回収は、上記のいずれの方法によっても行うことができる。そのようにしてノルマルパラフィン類の少なくとも一部が除去された後の残油は次の工程に供される。

【0010】次に、ノルマルパラフィン類を分離・回収した後の残油中に含まれる芳香族炭化水素の核水素化処理を行う。核水素化は水素化触媒を用いて行うが、芳香族炭化水素の核水素化が可能であればいずれのものでもよく、特に制限されるものではない。例えば、第VIII族に属する金属元素及びその酸化物や硫化物などの中から選ばれた少なくとも1種の成分を無機酸化物担体に担持させたものを用いることができる。この無機酸化物担体としては、アルミナ、シリカ、シリカーアルミナ、結晶性アルミノシリケート、ゼオライト、珪藻土、活性炭等を用いることができる。第VIII族金属としては、ニッケル、コバルト、白金、ロジウム、ルテニウム、パラジウム、コバルトおよびこれらの混合物等を用いることができる。

【0011】水素化条件としては、温度は50～400℃、圧力は1～20MPa、LHSVは0.1～30hr<sup>-1</sup>の範囲から選択することができる。反応条件が穏和すぎると、芳香族の水素化反応が十分進行せずに芳香族分が多量に残存し、逆に反応条件が過酷すぎると、水素化分解等の副反応が生じるため好ましくない。上記核

水素化処理の後においては適宜に蒸留を行なってもよい。

【0012】以上のようにして得られる低芳香族炭化水素溶剤は、沸点が150～300℃の範囲の成分を主とし、モノシクロアルカンとジシクロアルカンの合計が40質量%以上、芳香族分が1質量%以下であることを特徴とする。このように芳香族が少ないため、臭気が少なく、作業環境の改善の面でも優れている。

【0013】本発明においては、上記の低芳香族炭化水素溶剤を感圧複写材料において電子供与性発色剤を溶解するための溶剤として用いるが、他の溶剤と併用することができる。非縮合型または縮合型の芳香族環を2個以上有する芳香族炭化水素溶剤と共に使用する場合には、低芳香族炭化水素溶剤5～50質量%、沸点が260℃以上で非縮合型または縮合型の芳香環を少なくとも2個以上有する芳香族炭化水素溶剤50～95質量%であることが好ましい。芳香族炭化水素溶剤が95質量%を超える場合は発色性の改善が見られず、価格低減効果も見られない。50質量%未満の場合は発色剤の溶解性が小さいため好ましくない。

【0014】上記非縮合型または縮合型の芳香環を2個以上有する炭化水素溶剤の例としては、フェニルキシリルエタン、フェニルエチルフェニルエタン、フェニルグミルエタン、フェニル-sec-ブチルフェニルメタンのようなジアリールアルカン、ジイソプロピルナフタレンのようなアルキルナフタレン、sec-ブチルビフェニル、イソプロピルビフェニルのようなアルキルビフェニルまたはシクロアルキルビフェニル、部分水素添加ターフェニルなどが挙げられる。

【0015】本発明の感圧複写材料に用いる電子受容性顔色剤としては、芳香族カルボン酸、その重合体、それらの金属塩、多価金属化カルボキシル変性テルペンフェノール樹脂、およびその誘導体、ならびにこれらの混合物からなる群から選択される顔色剤を用いることが好ましい。なお、従来から複写材料、特に感圧複写材料の顔色剤として一般的に使用されているノボラック型フェノール樹脂などでは、たとえ本発明の溶剤組成物であっても発色速度の優れた感圧複写紙は得られない。

【0016】ここで顔色剤としての芳香族カルボン酸とは芳香族環(単環、多環のいずれでもよい)に直接カルボキシル基が結合した有機化合物であって、かかる芳香族カルボン酸の例としては、サリチル酸誘導体例えば、3,5-ジ- $(\alpha$ -メチルベンジル)サリチル酸、3- $(\alpha$ -メチルベンジル)-5- $(\alpha, \alpha'$ -ジメチルベンジル)サリチル酸、3- $(4'$ - $\alpha, \alpha'$ -ジメチルベンジル)フェニル-5- $(\alpha, \alpha'$ -ジメチルベンジル)サリチル酸、3,5-ジ-tert-ブチルサリチル酸、3,5-ジ-tert-オクチルサリチル酸、3-シクロヘキシル-5- $(\alpha, \alpha'$ -ジメチルベンジル)サリチル酸、3-フェニル-5- $(\alpha, \alpha'$ -ジメチルベン

ジル)サリチル酸、3,5-ジ- $(\alpha, \alpha'$ -ジメチルベンジル)サリチル酸などが例示できる。更にスチレン類を付加させた芳香族カルボン酸、例えばスチレン化サリチル酸なども含まれる。特に好ましい芳香族カルボン酸は、総炭素数が15以上の芳香族カルボン酸である。ただし次に記載の共縮合または共重合モノマーとして使用するときは特に炭素数は限定されない。

【0017】また、芳香族カルボン酸、特にサリチル酸を縮合モノマーとする縮合または共縮合樹脂も使用できる。かかる共縮合樹脂としては、例えばサリチル酸とジアルコキシキシレンとの共縮合樹脂、サリチル酸とアルデヒドとの重合体などが例示できる。これらにはさらにトリアルキルベンゼンなどを共縮合モノマーとして添加できる。

【0018】また、これらの芳香族カルボン酸またはその重合体の金属塩も使用できる。金属塩としては、例えば亜鉛、アルミニウム、バリウム、錫、鉄、カルシウム、鉛などの多価金属塩が挙げられる。また、多価金属化カルボキシル変性テルペンフェノール樹脂またはその誘導体としては、環状モノテルペン類とフェノール類を酸性触媒の存在下に縮合し、これにカルボキシル基を常法により導入した生成物を多価金属化して得られる、多価金属化カルボキシル変性テルペンフェノール樹脂などを例示できる。たとえば特開昭62-19486号公報に開示のようにフェノールと $\alpha$ -ピネンとを三フッ化ほう素触媒により縮合し、次いで金属ナトリウムの存在下で炭酸ガスの導入により得られた共縮合樹脂をカルボキシル化し、さらに塩化亜鉛等により多価金属化し多価金属化カルボキシル変性テルペンフェノール樹脂が製造される。この場合の多価金属としては同じく亜鉛、アルミニウム、バリウム、錫、鉄、カルシウム、鉛などが挙げられる。好ましくは亜鉛である。

【0019】顔色剤としての芳香族カルボン酸、その重合体、それらの金属塩と多価金属化カルボキシル変性テルペンフェノール樹脂とは混合して使用することもできる。この混合は溶剤または分散媒で行うかまたは熔融混合して実施できる。

【0020】本発明の感圧複写材料に用いる電子供与性発色剤としては、トリアリールメタン系、ジフェニルメタン系、キサンテン系、チアジン系、スピロピラン系などを用いることができる。具体的には、トリアリールメタン系発色剤として、3,3-ビス(p-ジメチルアミノフェニル)-6-ジメチルアミノフタリド(クリスタルバイオレットラクトン、以下「CVL」という。)、3,3-ビス(p-ジメチルアミノフェニル)フタリド、3-(p-ジメチルアミノフェニル)-(1,2-ジメチルインドール-3-イル)フタリド、3-(p-ジメチルアミノフェニル)-3-(2-メチルインドール-3-イル)フタリド、3-(p-ジメチルアミノフェニル)-3-(2-フェニルインドール-3-イル)

フタリド、3, 3-ビス (1, 2-ジメチルインドール-3-イル) - 5-ジメチルアミノフタリド、3, 3-ビス (1, 2-ジメチルインドール-3-イル) - 6-ジメチルアミノフタリド、3, 3-ビス (9-エチルカルバゾール-3-イル) - 5-ジメチルアミノフタリド、3, 3-ビス (2-フェニルインドール-3-イル) - 5-ジメチルアミノフタリド、3-p-ジメチルアミノフェニル-3- (1-メチルピロール-2-イル) - 6-ジメチルアミノフタリド等がある。

【0021】ジフェニルエタン系発色剤としては、4, 4'-ビスジメチルアミノベンズヒドリンベンジルエーテル、N-ハロフェニルロイコオーラミン、N-2, 4, 5-トリクロロフェニルロイコオーラミン等がある。

【0022】キサンテン系発色剤としては、ローダミンB-アニリノラクタム、ローダミンB (p-ニトロアニリノ) ラクタム、ローダミンB (p-クロロアニリノ) ラクタム、3-ジメチルアミノ-6-メトキシフルオラン-3-ジエチルアミノ-7-メトキシフルオラン、3-ジエチルアミノ-7-クロロ-6-メチルフルオラン、3-ジエチルアミノ-7- (アセチルメチルアミノ) フルオラン、3-ジエチルアミノ-7- (ジベンジルアミノ) フルオラン、3-ジエチルアミノ-7- (メチルベンジルアミノ) フルオラン、3-ジエチルアミノ-7- (クロロエチルメチルアミノ) フルオラン、3-ジエチルアミノ-7- (ジエチルアミノ) フルオラン、3-ジエチルアミノ-6-メチル-7-アニリノフルオラン等がある。

【0023】チアジン系発色剤としては、ベンゾイルロイコメチレンブルー、p-ニトロベンジルロイコメチレンブルー等がある。

【0024】スピロピラン系発色剤としては、3-メチ

ルースピロージナフトピラン、3-エチルースピロージナフトピラン、3, 3'-ジクロロースピロージナフトピラン、3-ベンジルースピロージナフトピラン、3-メチルナフト- (3-メトキシベンゾ) -スピロピラン、3-プロピルースピロージベンゾジピラン等がある。

【0025】本発明の感圧複写材料、例えば感圧複写紙の一般的な製造法について説明する。上記発色剤を1~10重量%の割合で上記の溶剤に溶解した溶液をゼラチンおよびアラビヤゴムの混合水溶液に乳化分散させ、次いでコアセルベーション法により乳化した油滴の回りにゼラチン膜を形成させてマイクロカプセル化を行う。最近では、In-Situ重合法、界面重合法などにより、合成樹脂膜でマイクロカプセル化する方法も広く用いられる。

【0026】このようにして生成した微細油滴のカプセルエマルジョンをシート状支持体としての紙に塗布し、この塗布面と対向する紙の面または前記塗布面自体に上記顔色剤を層状に塗布することにより、感圧複写紙のような感圧複写材料を製造する。

【0027】

【実施例】以下、本発明を実施例により説明する。

【溶剤の調製例】原料灯油を脱硫しモレックス法(UOP吸着法)で得られたノルマルパラフィン除去残油(ラフィネート)についてNi/珪藻土触媒を用い表1に示す条件で核水素化処理を行った後、反応液を精密蒸留装置により蒸留し、沸点203~220℃の留分を溶剤とし以下の実施例で用いた。得られた溶剤の性状を表1に示す。

30 【0028】

【表1】

表1 溶剤の調整

例	実施例	比較例
溶剤の種類	溶剤-1	溶剤-2
核水素化条件		
温度 (℃)	200	-
圧力 (MPa)	2.5	-
LHSV (hr <sup>-1</sup> )	5	-
溶剤性状		
沸点範囲 (℃)	203~220	193~252
組成 (質量%)		
モノシクロアルカン	36	17
ジシクロアルカン	42	18
芳香族炭化水素	0.1以下	7.1

【0029】【溶剤の臭気評価試験】上記の溶剤調製例で得られた低芳香族炭化水素溶剤(溶剤1)と、比較例

として上記の溶剤調製例で核水素化処理を行わない炭化水素溶剤(溶剤2)について健康状態の良好な男女10

名により臭気の評価を5段階で行い平均値を求めた。表2に示すように、核水素化を行わなかった炭化水素溶剤(溶剤2)は臭気を有したが、本発明で用いる低芳香族炭化水素溶剤(溶剤1)はほとんど無臭であるため作業環境の改善に有効である。

【0030】

【表2】

表2 溶剤の臭気試験

例	実施例	比較例
使用溶剤	溶剤-1	溶剤-2
溶剤の臭気	1.5	3.5

臭気評価基準

- 1: 無臭
- 2: 僅かに臭う
- 3: 有臭
- 4: かなり臭う
- 5: 強臭

【0031】 (実施例1)

表3 発色剤の溶解性

		実施例	比較例	
溶剤混合比率 (質量%)	低芳香族炭化水素溶剤	20	—	—
	ノルマルパラフィンH	—	20	—
	アイソゾール400	—	—	20
	2環芳香族炭化水素	80	80	80
発色剤溶解性 (g/100g)	40℃	1.01	0.88	0.84
	70℃	2.58	2.2	2.07
	100℃	8.01	7.13	6.61

【0033】 (実施例2)

【発色性能の評価】 上記溶剤調製例で得られた低芳香族炭化水素溶剤(溶剤1)20質量%とフェニルキシリルエタン80質量%の混合溶剤に、CVLを5質量%溶解させた溶液を、尿素およびホルマリンを用いたIn-Situ重合法によりマイクロカプセル化し、得られたマイクロカプセルエマルジョンに糊料、保護剤を加え、ワイヤーバーを用いて上質紙に塗布し、感圧複写紙の上葉紙を得た。また顔色剤として、3,5-ジ(α-メチルベンジル)サリチル酸亜鉛塩を塗布した下葉紙を準備し、上葉紙と下葉紙をマイクロカプセル塗布面と顔色剤が対向するように重ね合わせ、低温(−3℃)で衝撃式

【発色剤の溶解性試験】 上記の溶剤調製例で得られた低芳香族炭化水素溶剤(溶剤1)20質量%と2環芳香族炭化水素であるフェニルキシリルエタン「日石ハイゾールSAS-296」、(商品名、日本石油化学(株)製)80質量%の混合溶剤20gに、青色用の発色剤であるクリスタルバイオレットラクトン(CVL)を5g添加し16時間加温溶解した後、フーリエ変換赤外分光光度計(FT-IR)にて溶解量の測定を行った。なお溶剤100gあたりに溶解する発色剤の溶解量gで表した。また比較例として、直鎖パラフィン溶剤であるノルマルパラフィンH(商品名、日本石油化学(株)製)およびイソパラフィン溶剤であるアイソゾール400(商品名、日本石油化学(株)製)をそれぞれ日石ハイゾールSAS-296と混合した溶剤についても同様に評価した。結果を表3に示す。低芳香族炭化水素溶剤(溶剤1)を用いた本発明の場合は溶解性が優れていた。

【0032】

【表3】

印刷機を用いて発色させた。発色後(衝撃後)3秒〜120秒後の下葉紙の反射率を反射分光光度計を用い測定し発色強度を求めた。また比較例として、フェニルキシリルエタンを単独で溶剤として用いた場合についても同様に評価を行った。結果を表4に示す。低芳香族炭化水素溶剤を用いた本発明の場合は、低温(−3℃)においてフェニルキシリルエタン単独の場合と比べて初期の発色強度が大きく、短時間でも発色強度が高く低温発色速度に優れている。

【0034】

【表4】

表4 発色強度

時間(秒)	実施例	比較例
	低芳香族炭化 水素溶剤配合	ハイゾール SAS-296 単独
3	49.39	46.81
5	52.70	50.13
10	56.94	54.45
20	61.10	58.77
60	67.47	65.38
120	71.31	69.33

## 【0035】

【発明の効果】本発明の感圧複写材料に用いられる低芳香族炭化水素溶剤は臭気が少なく、発色剤の溶解性に優れ、かつ感圧複写紙としての性能、特に発色速度に優れている。すなわち、本発明の低芳香族炭化水素溶剤は次のような特徴を有するものである。

- 1) 毒性がない。
- 2) 安価である。
- 3) 不快臭が少ない。
- 4) 発色剤の溶解性が他の溶剤より優れている。
- 5) マイクロカプセル化に際し、安定した微小分散体を形成する。

6) 上記分散体の表面においてマイクロカプセル皮膜の形成が可能である。

7) マイクロカプセルの貯蔵安定性が良好である。

8) マイクロカプセル皮膜を油滴上に均一かつ所望の厚さに被着し得る。

9) 発色剤と顕色剤とによる発色反応を妨げず、かつ発色速度が速い。

20 10) 顕色剤として高分子材料を塗布した紙と接するとき、高分子材料をも溶解して発色剤との接触を密にすることができる。

11) 発色像に滲みがなく、かつ鮮明である。

12) 長期保存後においても鮮明な発色像が得られる。

フロントページの続き

(51)Int. Cl.<sup>7</sup>  
C10G 67/06

識別記号

FI  
B41M 5/12

テームト\* (参考)

110